

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 10-075019

(43)Date of publication of application : 17.03.1998

(51)Int.Cl. H01S 3/18
H01L 21/205
H01L 33/00

(21)Application number : 09-185864

(71)Applicant : TOSHIBA CORP

(22)Date of filing : 26.06.1997

(72)Inventor : YUGE SHOZO
SUGAWARA HIDETO

(30)Priority

Priority number : 08188835 Priority date : 28.06.1996 Priority country : JP

(54) MANUFACTURE OF GAN COMPOUND SEMICONDUCTOR DEVICE

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a method for manufacturing high-quality GaN compound semiconductor device, wherein a high-quality InGaN light-emitting layer of a good crystallinity can be formed.

SOLUTION: When depositing $(\text{Ga}_{1-x}\text{N}/\text{Al}_x)_1\text{-yIn}_y\text{N}$ ($0 \leq x \leq 1$, $0 \leq y \leq 1$) crystal material, by vapor phase epitaxial technology, an atmosphere of at least one growth interruption process to interrupt the growth of a layer being formed, whether it is the same layer or hetero layer, is made the group V gas included one and carrier gas other than group V gas is inactive gas. By this method, the sublimation of a layer exposed in the growth interruption process can be prevented.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 04.09.1997

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number] 2918517

[Date of registration] 23.04.1999

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平10-75019

(43) 公開日 平成10年(1998) 3月17日

(51) Int.Cl. ⁶	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
H 0 1 S 3/18			H 0 1 S 3/18	
H 0 1 L 21/205			H 0 1 L 21/205	
33/00			33/00	C

審査請求 有 請求項の数13 F D (全 8 頁)

(21) 出願番号 特願平9-185864

(22) 出願日 平成9年(1997) 6月26日

(31) 優先権主張番号 特願平8-188835

(32) 優先日 平8(1996) 6月28日

(33) 優先権主張国 日本 (J P)

(71) 出願人 000003078

株式会社東芝

神奈川県川崎市幸区堀川町72番地

(72) 発明者 弓 削 省 三

神奈川県川崎市幸区堀川町72番地 株式会
社東芝川崎事業所内

(72) 発明者 菅 原 秀 人

神奈川県川崎市幸区堀川町72番地 株式会
社東芝川崎事業所内

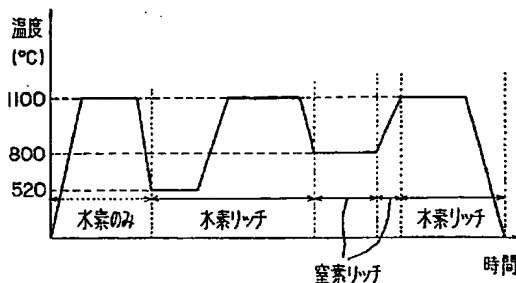
(74) 代理人 弁理士 佐藤 一雄 (外3名)

(54) 【発明の名称】 GaN系化合物半導体素子の製造方法

(57) 【要約】

【課題】 高品質で結晶性にすぐれた InGa_xN 発光層を形成し得る、高品質 GaN 系化合物半導体素子の製造方法を提供すること。

【解決手段】 $(Ga_{1-x}N/Al_x)_{1-y}In_yN$ ($0 \leq x \leq 1$, $0 \leq y \leq 1$) 系結晶材料を気相成長させるに際し、同一層およびヘテロ層のいずれにおいても、形成する層の成長を中断する成長中断工程の少なくとも一つの成長中断工程における雰囲気として、V 族ガスを含む雰囲気であり、かつ、V 族以外のキャリアガスとして不活性ガスを用いることによって、前記成長中断工程において露出している層の昇華を防止するようにしたことを特徴とする。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 $(\text{Ga}_{1-x}\text{Al}_x)_{1-y}\text{In}_y\text{N}$ ($0 \leq x \leq 1$, $0 \leq y \leq 1$) 系結晶材料を気相成長させるに際し、同一層およびヘテロ層のいずれにおいても、形成する層の成長を中断する成長中断工程の少なくとも一つの成長中断工程における雰囲気として、V族ガスを含む雰囲気であり、かつ、V族以外のキャリアガスとして不活性ガスを用いることによって、前記成長中断工程において露出している層の分解を防止するようにしたことを特徴とする、GaN系化合物半導体素子の製造方法。

【請求項2】前記材料系の成長の際に、最終層終了後の降温過程に請求項1に記載の方法を適用した、請求項1に記載の方法。

【請求項3】前記成長中断工程が、温度を一定にする工程のみならず、昇温ないし降温を伴う工程を含む、請求項1に記載の方法。

【請求項4】前記V族原料ガスが、 NH_3 、 N_2H_4 、 N_2H_2 、 CH_3 、および $\text{N}_2\text{H}_2(\text{CH}_3)_2$ からなる群から選ばれた少なくとも1種を含み、前記不活性ガスが、 N_2 、 He 、 Ne 、 Ar 、 Kr 、 Xe および SF_6 からなる群から選ばれた少なくとも1種を含む、請求項1または2に記載の方法。

【請求項5】前記キャリアガスが、所定量内の H_2 を含む、請求項1ないし4のいずれか1項に記載の方法。

【請求項6】前記不活性ガスと H_2 キャリアガスの比率が、1:1以上である、請求項1ないし5のいずれか1項に記載の方法。

【請求項7】前記V族原料ガスの前記キャリアガスに対する拡散係数が、 H_2 に対する拡散係数より小さい、請求項1ないし6のいずれか1項に記載の方法。

【請求項8】当該方法によって形成される InGaIn 系MQW層が、サテライトピークを有するX線回折パターンを有する、請求項1ないし7のいずれか1項に記載の方法。

【請求項9】 $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ ($0 < x \leq 1$) / $\text{Al}_y\text{Ga}_{1-y}\text{N}$ ($0 \leq y \leq 1$) 系結晶材料を気相成長させる工程において、 $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ 層を温度 T_1 で成長させた後、V族原料ガスを含む所定雰囲気の下、温度 T_2 (ただし、 $T_2 \leq T_1$) で $\text{Al}_y\text{Ga}_{1-y}\text{N}$ 層を成長させるまでの温度保持過程または昇温過程を含む成長中断工程の間、前記V族原料ガスのキャリアガスとして不活性ガスを用いることによって、前記 $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ 層表面近傍から前記雰囲気中へのV族原料ガスの拡散を抑制し、かつ、 $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ 層表面近傍のV族原料の蒸気圧を実質的に高めて $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ 層の昇華を防止するようにした、請求項1に記載の方法。

【請求項10】温度 T_1 と温度 T_2 が下記の範囲条件を満足する、請求項9に記載の方法。

$$400^\circ\text{C} \leq T_1 \leq 950^\circ\text{C}$$

$$600^\circ\text{C} \leq T_2 \leq 1300^\circ\text{C}$$

【請求項11】前記V族原料ガスが、 NH_3 、 N_2H_4 、 N_2H_2 、 CH_3 、および $\text{N}_2\text{H}_2(\text{CH}_3)_2$ からなる群から選ばれた少なくとも1種を含み、前記不活性ガスが、 N_2 、 He 、 Ne 、 Ar 、 Kr 、 Xe および SF_6 からなる群から選ばれた少なくとも1種を含む、請求項9または10に記載の方法。

【請求項12】前記キャリアガスが、所定量内の H_2 を含む、請求項9ないし11のいずれか1項に記載の方法。

10 【請求項13】前記V族原料ガスの前記キャリアガスに対する拡散係数が、 H_2 に対する拡散係数より小さい、請求項9ないし12のいずれか1項に記載の方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、半導体発光素子の製造方法に関し、特に紫外から緑色までの発光素子に用いられる InGaAlN 系ヘテロ構造LED、LD等の製造方法に関するものである。

【0002】

20 【従来の技術および発明が解決しようとする課題】表示等やフルカラーディスプレイ等に使用されるGa系発光素子を例にとって、従来提案されている製造例に基づいて、Ga系半導体素子の製造方法について説明する。

【0003】図1は、Ga系発光素子一構造例を概略的に示す断面図である。図9は、処理温度と時間経過を示すタイムチャートである。各層の成長方法としては、有機金属気相成長法（以下、MOCVD法という）が用いられる。

30 【0004】まず、バッファ層の成長の前にサファイア基板1に対して、水素キャリアガスだけでサーマルクリーニングを行う。その後、キャリアガスはそのまま520℃まで降温し、次いで、キャリアガスを次のように切り替える。即ち、窒素と水素の割合が、1:3になるようにキャリアガスを切り替え、V族原料である NH_3 とIII族原料であるTMGとを一定量供給し、厚さ50nmのGa系バッファ層2を成長させる。V族原料である NH_3 は、これ以降のプロセスにおいては成長中はもちろんのこと、成長中断中においても常に供給されるように設定されている。

40 【0005】その後、キャリアガスは切り替えずに1100℃まで昇温し、TMGおよびSiH₄を供給し、厚さ4μmのSiドープn型Ga系クラッド層3を成長させる。このSiドープn型Ga系クラッド層3の成長後、キャリアガスはそのままとして800℃まで降温する。温度が800℃で一定になった状態で、キャリアガスである窒素と水素の割合を1:1に切り替え、成長層原料であるTMIとTMGと発光中心原料であるSiH₄とDMZnとを供給し、厚さ0.2μmのZn、SiドープInGa系発光層4を成長させる。ここで、本明

細書においては、窒素：水素の割合が1：1の場合も窒素リッチ状態と定義するものとする。

【0006】このSiドープInGa_N発光層4の成長後、キャリアガスである窒素と水素の比を1：3に戻し（すなわち水素リッチの状態にし）、1100℃まで昇温する。1100℃に昇温後においては、キャリアガスはそのままとし、TMAとTMGおよびドーパントであるCp₂Mgを供給し、厚さ0.2μmのMgドープp型AlGa_N層5を成長させる。最後に、TMGとCp₂Mgを供給して、厚さ0.3μmのp型Ga_N層6を成長させる。さらに、キャリアガスはそのまま、成長を中断させたままの状態室温まで降温することによって、図1に示すようなGa_N系発光素子が得られる。

【0007】このようにして得られるInGa_N発光層は、InNの窒素の平衡圧がGa_Nに比べて2桁ほど高く、また、Ga_Nより200℃ほど低温度で成長するため、従来の方法でInGa_N発光層の上層にAlGa_N層を成長させる場合には、一旦成長を中断し、さらに昇温してInGa_N層上にAlGa_N層を成長させなければならなかった。

【0008】そのため、InGa_N発光層は高温状態（すなわち、800℃から1100℃への昇温時）において安定に保持する必要があった。しかしながら、本発明者の知見によれば、上述した従来の方法においては、昇温過程におけるキャリアガスとして、窒素と水素の割合が1：3の水素リッチなガスを使用していたため、InGa_N発光層を安定に保持することができないことが判明している。すなわち、NH₃は、水素雰囲気中においては窒素の2倍以上の大きな拡散係数を有しているため、水素リッチである前記の条件下においては、基板近傍のNH₃濃度が低くなってしまいう現象が生じ、このため、InGa_N発光層のNが解離しやすくなり、InGa_N発光層の分解による結晶の劣化あるいは厚さの減少・消失を招くという問題があった。したがって、上述した方法で得られる発光素子は、極端な場合にはInGa_N発光層のない、あるいはこの層が残っていたとしても結晶性の著しく低下した層として残存しているため、発光効率および信頼性の低下したものであった。

【0009】したがって、本発明は、上述した従来提案されている方法に伴う問題を解消することに向けられたものであって、高品質で結晶性にすぐれたInGaAlN発光層を形成し得る、高品質Ga_N系化合物半導体素子の製造方法を提供することを目的とするものである。

【0010】

【課題を解決するための手段】上述したように、Ga_N系化合物半導体を1000℃程度の高い温度で気相成長する場合、もしくはInGaAlN層のように熱的に不安定なInを含む混晶を800℃前後の温度で成長させる場合、成長中断プロセスにおいてはInGaAlN層

からのNの解離やH₂キャリアガスによる還元作用により、一旦形成された成長層が、成長中断工程での著しい昇華作用により結晶の劣化や膜厚の変動にさらされ、このため素子特性（発光効率や光出力）を低下させるという問題があった。

【0011】本発明においては、積極的にこの成長中断工程に着目し、特に昇温、降温および流量変更に伴うすべての成長中断工程における工程条件を最適状態に制御することによって上記問題を解決しようとするものである。

【0012】すなわち、本発明によるGa_N系化合物半導体素子の製造方法は、(Ga_{1-x}Al_x)_{1-y}In_yN (0 ≤ x ≤ 1, 0 ≤ y ≤ 1)系結晶構造を気相成長させるに際し、同一層およびヘテロ層のいずれにおいても、形成する層の成長を中断する成長中断工程の少なくとも一つの成長中断工程における雰囲気として、V族ガスを含む雰囲気であり、かつ、V族以外のキャリアガスとして不活性ガスを用いることによって、前記成長中断工程において露出している層の分解を防止するようにしたことを特徴とするものである。

【0013】

【発明の実施の形態】本発明によるGa_N系半導体素子の製造方法の具体的な態様について、表示等やフルカラー式ディスプレイ等に使用されるGa_N系発光素子を例にとって説明する。

【0014】図1は、Ga_N系発光素子の一構造例を概略的に示す断面図である。図3は、処理温度と時間経過を示すタイムチャートである。この例においては、各層の成長方法として、有機金属気相成長法（MOCVD法という）が用いられる。

【0015】まず、バッファ層の成長の前にサファイア基板1に対して、水素キャリアガスだけでサーマルクリーニングを行う。その後、キャリアガスはそのまま520℃まで降温し、次いで、キャリアガスを次のように切り替える。即ち、窒素と水素の割合が、1：3になるようにキャリアガスを切り替え、V族原料であるNH₃とIII族原料であるTMGとを一定量供給し、厚さ50nmのGa_Nバッファ層2を成長させる。V族原料であるNH₃は、これ以降のプロセスにおいては成長中はもちろんのこと、成長中断中においても常に供給されるように設定されている。

【0016】その後、キャリアガスは切り替えずに1100℃まで昇温し、TMGおよびSiH₄を供給し、厚さ4μmのSiドープn型Ga_Nクラッド層3を成長させる。このSi-Ga_N層の成長後、キャリアガスはそのままとして800℃まで降温する。温度が800℃で一定になった状態で、キャリアガスである窒素と水素の割合を1：1に切り替え、成長層原料であるTMIとTMGと発光中心原料であるSiH₄とDMZnとを供給し、厚さ0.2μmのZn、SiドープInGa_N発光

層4を成長させる。

【0017】このInGa_{0.15}N層の成長後、キャリアガスである窒素と水素の比を3:1にし、1100℃まで昇温する。1100℃に昇温した後においては、キャリアガスである窒素と水素の比を1:3に戻し、TMAとTMGおよびドーパントであるCp₂Mgを供給し、厚さ0.2μmのMgドーパ型AlGa_{0.15}N層5を成長させる。最後に、TMGとCp₂Mgを供給して、厚さ0.3μmのp型Ga_{0.15}N層6を成長させる。さらに、キャリアガスはそのまま、成長を中断させたままの状態

で室温まで降温することによって、図1に示すようなGa_{0.15}N系発光素子が得られる。

【0018】また、付加的効果として、降温中に不活性ガス雰囲気を用いることで、MgドーパGa_{0.15}N層がas-grownでP型化することもできる。

【0019】上記の実施例においては、V族原料ガスとしてNH₃をキャリアガスとして窒素リッチの窒素と水素の混合ガスを用いたが、前述したように、窒素以外のNe、Ar、Kr、XeおよびSF₆などの不活性ガスも同様に用いることができる。

【0020】前述したように、InGa_{0.15}N層を発光層、AlGa_{0.15}N層をクラッド層とするダブルヘテロ構造デバイスの製作においては、InGa_{0.15}N層成長後の昇温過程で用いるキャリアガスとしては、窒素と水素の割合が1:3であるような水素リッチのガスが使用されていた。このように水素リッチのガスを使用する理由は、水素の方が窒素よりも高純度のキャリアガスが精製できるためである。

【0021】しかしながら、上述したように、このような条件では、InGa_{0.15}N層が分解して膜の消失や減少あるいは結晶性低下が発生するという問題があった。これは、NH₃の拡散係数は、窒素ガス中より水素ガス中のほうがはるかに大きく、従来技術のようにキャリアガスが水素リッチでは、NH₃が拡散してNH₂、濃度が低くなるため、InGa_{0.15}N層の“N”の分解を抑制する効果低下するためであると考えられる。

【0022】本発明によりに、キャリアガスとして上記のような不活性ガスを用いることによって、NH₃濃度を高く維持することができ、InGa_{0.15}N発光層の昇温過程での分解を有意に抑制することができる。

【0023】次に、本発明の上述した実施例および冒頭で述べた比較例で得られた素子について、アニールによるInGa_{0.15}N層表面が受ける変化について説明する。

【0024】まず、各々、InGa_{0.15}N層成長後の同一のウェーハについて、図3に示す温度プロファイルに従って、窒素リッチ条件（実施例）と水素リッチ条件（比較例）で、室温から1100℃まで昇温し、アニールを実施し、InGa_{0.15}N層の表面のSEM写真を撮影した。図4は、アニール前のInGa_{0.15}N層の表面のSEM写真である。図5（比較例）は、水素リッチ雰囲気でのアニール

ル処理後の表面状態を示し、図6（実施例）は、窒素リッチ雰囲気でのアニール処理後の表面状態を示す。これらから、InGa_{0.15}N層の表面は、水素リッチの場合は著しい劣化があるのに対し、窒素リッチの場合はほとんど変化はみられないことが分かる。

【0025】図7は、InGa_{0.15}N層のアニールの時間によるX線強度の変化を示すグラフである。X線強度においても、比較例のように水素リッチガスを使用した場合は、70%程度強度低下するのに対して、窒素リッチガスを使用した実施例の場合においては、X線強度は実質的に低下しないことが確認された。

【0026】さらに、図8にLED相対輝度の測定値を示す。このグラフから、本発明の実施例に係る発光素子の輝度は、比較例のものに比べて10倍以上に及ぶ輝度の向上が認められる。

【0027】図10は、Ga_{0.15}N系MQW構造青色レーザ素子の一構造例を概略的に示す断面図である。

【0028】図11は、処理温度と時間経過を示すタイムチャートである。この例においても、各層の成長方法としては、有機金属気相成長法が用いられる。

【0029】まず、バッファ層の成長の前にサファイア基板に対し、水素キャリアガスだけでサーマルクリーニングを行う。その後、キャリアガスはそのまま、520℃まで降温し、次いでキャリアガスを次の様に切り替える。即ち、窒素と水素の割合が、例えば1:3になるようにキャリアガスを切り替え、V族原料であるNH₃とIII族原料であるTMGとを一定量供給し、厚さ50nmのGa_{0.15}Nバッファ層を成長させる。ここで、V族原料であるNH₃は、これ以降のプロセスにおいては成長中はもちろんのこと、成長中断中においても常に供給されるように設定されている。

【0030】その後、1050℃まで昇温するが、昇温前にキャリアガスを窒素と水素の比率を例えば3:1に切り替える。昇温後、TMG及びSiH₄を供給し、厚さ4μmのSiドーパのn型Ga_{0.15}N層を成長させる。この後、AlGa_{0.15}Nクラッド層を成長するが、NH₃とTMAとの中間反応がおきやすいため、総流量を変える必要がある。そこで、成長を中断してキャリアガスの組成比を窒素と水素の比率を3:1にしたまま、総流量を例えば1.5倍にする。

【0031】その後、TMG、TMA及びSiH₄を供給し、0.25μmのSiドーパのn型Al_{0.15}Ga_{0.85}Nクラッド層を成長させる。

【0032】次いで、窒素と水素の比率は3:1のままキャリアガス総流量を元に戻し、温度を700℃まで降温する。その後、0.1μmのアンダーブGa_{0.15}N層を成長させる。

【0033】その後、一定時間のインターバルを入れてTMG、TMIをウエル層とバリア層それぞれのIn組成に応じて供給し、20ÅのアンダーブIn_{0.15}Ga_{0.85}...

Nウェル層と40Åのアンダーブ $\text{In}_{0.99}\text{Ga}_{0.01}\text{N}$ バリア層の交互に10ベア成長させる。

【0034】次いで、窒素と水素の比率を3:1にして1050℃まで昇温する。その後、窒素と水素の比率はそのままにして総流量を1.5倍にする。さらに、TMG、TMA及びCp2Mgを供給しMgドープp型Al $_{0.99}\text{Ga}_{0.01}\text{N}$ 層クラッド層を成長させる。

【0035】さらにその後、成長中断して、総流量を元に戻しかつキャリアガスである窒素と水素の比率を3:1として、厚さ0.1μmのMgドープGa N 層を成長させる。成長層終了後、窒素と水素キャリアガス割合を3:1にしたまま室温まで降温する。このようにして、Ga N 系MQW構造青色レーザダイオードが形成される。

【0036】また、付加的効果として、降温中に不活性ガス雰囲気を用いることで、MgドープGa N 層がas-grownでP型化することもできる。

【0037】上記の実施例においては、V族原料ガスとしてNH $_3$ をキャリアガスとして窒素リッチと水素リッチの混合ガスを用いたが、前述したように、窒素以外のNe、Ar、Kr、XeおよびSF $_6$ などの不活性ガスも同様に用いることができる。また、V族原料ガスとしてNH $_3$ 、N $_2$ H $_4$ 、N $_2$ H $_2$ 、CH $_3$ およびN $_2$ H $_2$ (CH $_3$) $_2$ からなる群から選ばれた原料を用いることができる。

【0038】従来の方法においては、同温度であっても成長を中断してGa N 成長からAlGa N 層成長への移行の際にあるいはInGa N MQW層からAlGa N 層成長への移行の際に総流量を増大させるような場合、キャリアガスとしては窒素と水素の割合が1:3であるような水素リッチのガスが使用されていた。これは、水素のほうが窒素よりも高純度のキャリアガスが精製できるためである。

【0039】しかしながら、上述したように、このような条件下では、Ca N 層が分解して膜の減少や結晶性が低下するなどの問題があった。これは、NH $_3$ の拡散係数は、窒素ガス中より水素ガス中のほうがはるかに大きく、従来技術のようにキャリアガスが水素キャリアガスでは、NH $_3$ が拡散してNH $_3$ 濃度が低くなるため、Ca N 層やNMQW層やAlGa N 層の“N”の分解を抑制する効果が低下するためであると考えられる。

【0040】また、水素ガスはGa N 層、InGa N 層、AlGa N 層を化学的に還元してしまう作用があり、この点からも膜の減少や結晶性の低下が発生するという問題があった。

【0041】本発明の方法においては、キャリアガスとして上記のような不活性ガスを用いることによって、系内のNH $_3$ 濃度を高く維持し、“N”の抜けを抑制するのみならず、キャリアガス水素ガスによる還元作用を抑制することが可能となる。

【0042】次に、発光層をGa N 層とする紫外光LED発光素子を例にとって、本発明の別の好ましい実施例について説明する。

【0043】図12は、Ga N 系紫外発光素子の一構造例を概略的に示す断面図である。また図13は、処理時間と時間経過を示すタイムチャートである。この例においては、各層の成長方法として、前記と同様の有機金属気相成長法(MOCVD)が用いられる。

【0044】まず、バッファ層成長の前にサファイア基板に対して、水素キャリアガスだけでサーマルクリーニングを行なう。その後、キャリアガスはそのまま520℃まで降温し、次いで、キャリアガスを次のように切り替える。即ち、窒素と水素の割合が、例えば1:3になるようにキャリアガスを切り替え、V族原料ガスであるNH $_3$ とIII族原料であるTMGを一定量供給し、50nmのGa N バッファ層を成長させる。ここで、V族原料ガスであるNH $_3$ は、これ以降のプロセスにおいては成長中は勿論のこと、成長中断においても常に供給されるようになっている。

【0045】その後、成長を中断してキャリアガス窒素と水素の割合を、例えば3:1にするようにする。その後1100℃まで昇温する。

【0046】その後、TMG及びSiH $_4$ を供給し、厚さ4μmのSiドープn型Ga N 層を成長させる。このSi-Ga N 成長を中断し、キャリアガスの比率はそのままとして総流量を1.5倍まで増大させる。

【0047】その後、TMG、TMA及びSiH $_4$ を供給し、厚さ0.2μmのSiドープn型Al $_{1-z}\text{Ga}_z\text{N}$ 層(0<z≤1)を成長させる。このSi-Al $_{1-z}\text{Ga}_z\text{N}$ 層(0<z≤1)を成長させた後、成長を中断しキャリアガス流量の比率はそのままとして総流量をもとの流量にもどす。

【0048】その後、TMGとSiH $_4$ を供給し、厚さ0.1μmのGa N 活性層を成長させ。再び、成長を中断し、キャリアガスの比率はそのままにして総流量を1.5倍まで増大する。

【0049】その後、TMG、TMA及びCp2Mgを供給し、厚さ0.2μmのMgドープp型Al $_{1-z}\text{Ga}_z\text{N}$ 層(0<z≤1)を成長させる。再び、成長中断して、キャリアガス流量の比率はそのままにして総流量をもとの流量に戻す。

【0050】その後、TMG及びCp2Mgを所定量供給し、厚さ0.1μmのNgドープGa N 層を成長させる。その後、キャリアガスはそのまま、成長中断させたまま降温させることによって、図12に示すGa N 系紫外発光素子が得られる。

【0051】また、付加的効果として、降温中に不活性ガス雰囲気を用いることで、MgドープGa N 層がas-grownでP型化することもできる。

【0052】上述した実施例においては、成長中断にお

ける不活性ガスと H_2 ガスとの比率としたが、その比率は1:1以上であればよく、特に3:1に限定することを意図するものではない。また、上記実施例において成長中断工程をおきそのキャリアガス雰囲気の規定したが、成長層の働きによっては、必ずしもすべての中断工程に本発明を適用する必要はなく、目的に応じて、少なくとも1以上の成長中断工程に適用することで足りる。

【0053】また、得られる各形成層の結晶状態に着目すると、本発明による形成層においてはいずれも明瞭なピークを有するX線回折パターンがえられ、ピークのなまりならびに結晶劣化のない良好な高品質結晶層を得ることができる。

【0054】とりわけ、図14に示すように、従来の方法で得られたInGa系MQW層の結晶パターンにはなまりが見られるのに対して、上述した本発明の方法で形成されたInGa系MQW層は、高品質結晶が形成されたことを示すサテライトピークを有するX線回折パターンを有している。

【0055】

【発明の効果】本発明によれば、高品質で結晶性にすぐれたInGa系MQW層を形成し得る、高品質Ga系化合物半導体素子の製造方法が提供される。

【図面の簡単な説明】

【図1】Ga系発光素子一構造例を概略的に示す断面図。

【図2】本発明の実施例における処理温度と時間経過を示すタイムチャート。

【図3】アニール処理条件を示す温度プロファイル。 *

*【図4】アニール前のInGa系層の表面の結晶状態を示すSEM写真。

【図5】比較例におけるアニール処理後のInGa系層の表面の結晶状態を示すSEM写真。

【図6】実施例におけるアニール処理後のInGa系層の表面の結晶状態を示すSEM写真。

【図7】InGa系層のアニールの時間によるX線強度の変化を示すグラフ。

【図8】LED相対輝度の測定値を示すグラフ。

10 【図9】従来例における処理温度と時間経過を示すタイムチャート。

【図10】Ga系MQW構造青色レーザ素子の一構造例を概略的に示す断面図。

【図11】本発明の実施例における処理温度と時間経過を示すタイムチャート。

【図12】Ga系紫外発光素子の一構造例を概略的に示す断面図。

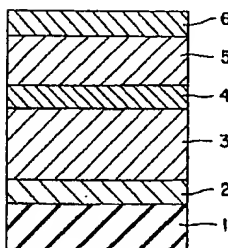
【図13】本発明の実施例における処理温度と時間経過を示すタイムチャート。

20 【図14】従来の方法ならびに本発明の方法で得られたGa系MQW構造のX線回折パターンを示すグラフ。

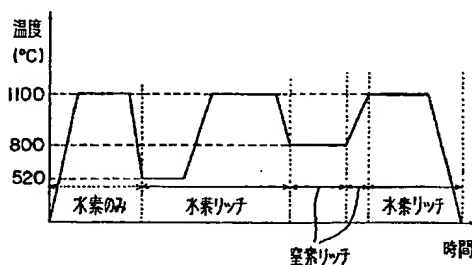
【符号の説明】

- 1 サファイア基板
- 2 バッファ層
- 3 Si-GaN層
- 4 Zn, Si-InGa系層
- 5 Mg-AlGa系層
- 6 Mg-GaN層

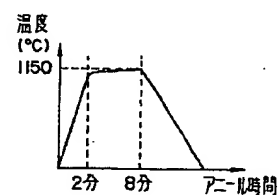
【図1】



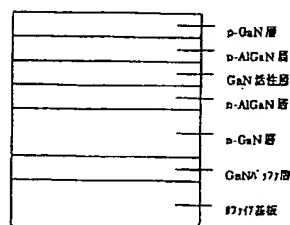
【図2】



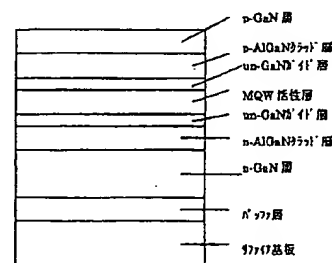
【図3】



【図12】



【図10】

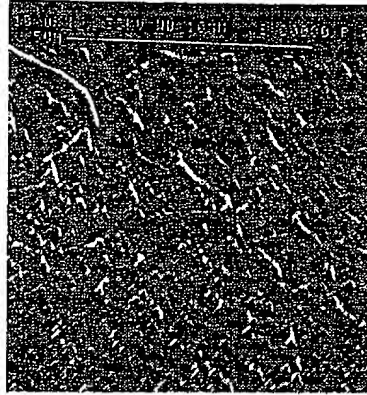
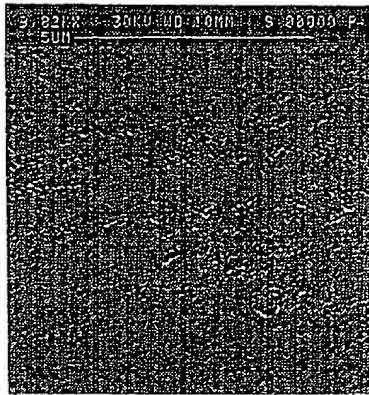


【図4】

【図5】

図面代用写真

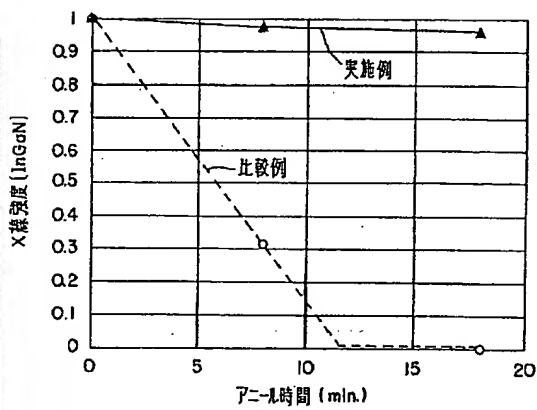
図面代用写真



【図6】

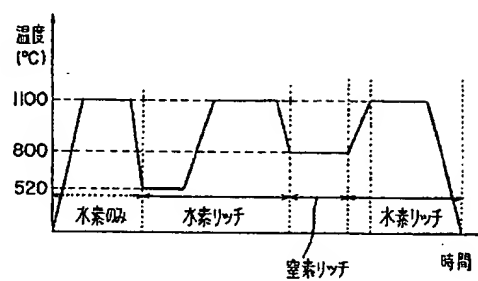
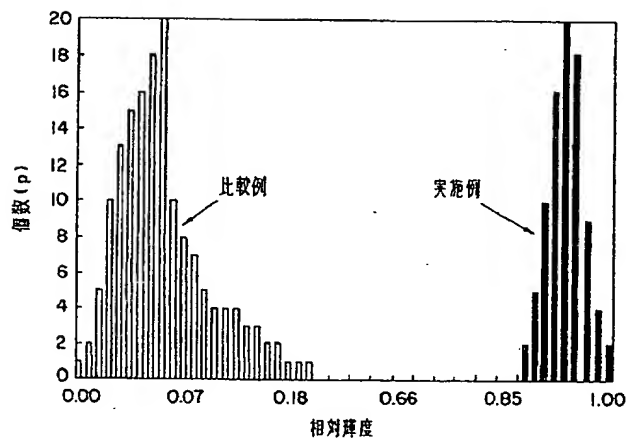
【図7】

図面代用写真

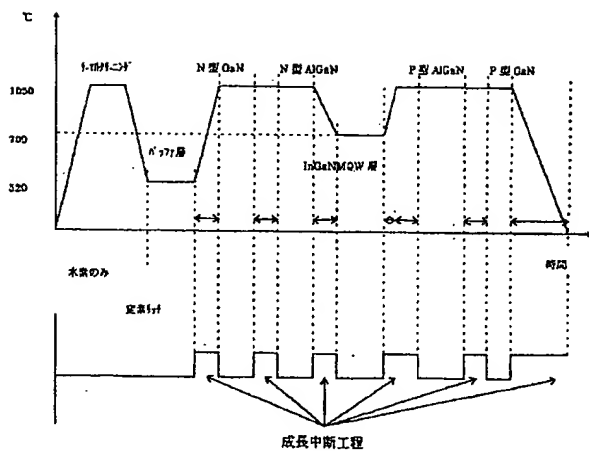


【図8】

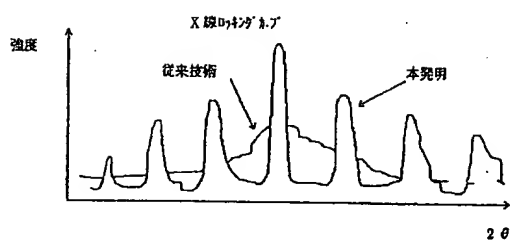
【図9】



【図11】



【図14】



【図13】

